

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-176465

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和63年(1988)7月20日

C 23 C 14/34  
14/548520-4K  
8520-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑬ 発明の名称 反応性スパッタリング成膜方法

⑭ 特 願 昭62-5015

⑮ 出 願 昭62(1987)1月14日

⑯ 発 明 者 池 尾 利 介 静岡県富士市蚊島2番地の1 旭化成工業株式会社内

⑰ 出 願 人 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

反応性スパッタリング成膜方法

## 2. 特許請求の範囲

ターゲット物質が設定され且つ排気されているスパッタリング領域と基板との間を遮断状態で不活性ガスを導入し放電してプレススパッタリングを行ない、膜厚センサによつてプレススパッタリングの成膜速度が安定に達したことを検知し、前記の遮断状態を解除し、不活性ガスと反応性ガスを所定の流量比で導入し放電して基板にターゲット物質と反応性ガスの化合物を成膜することを特徴とする反応性スパッタリング成膜方法

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、例えば、光学的保護膜等の緻密な組成が必要とされる反応性スパッタリング成膜プロセスに関する。

(従来技術)

第1図に示される反応性スパッタリング装置に

より従来スパッタリング方法を説明する。

コンダクタンスバルブ1を絞り、バルブ2, 3を開け、流量調節器(一般にマスフローコントローラという)4, 5によつて酸素、窒素などの反応性ガスとアルゴンなどの不活性ガスを、それぞれ設定流量流し、真空槽6内の圧力をおよそ $10^{-3}$  torr程度にする。真空槽6および基板ホルダ9はアースされてアース電位になつている。高周波電源7をONし、ターゲット8と基板ホルダ9の間で放電を開始させる。放電電流は、陽イオンと電子より構成されている。陽イオンと電子の移動度のちがいから、電極であるターゲット8は、負のバイアス電位を持つ。ターゲット8と基板ホルダ9の間の陽イオンは、電界により加速され、ターゲット8に衝突する。ターゲット8内の原子もしくは分子が、たたき出され(すなわちスパッタリングされ)、基板10に到達する。スパッタリングされた原子もしくは分子は、基板10に到達するまでに反応性ガスと反応し、ターゲット8物質と反応性ガスが設定組成で構成された反応生成物の

薄膜が基板10上に得られる。

シャッタ11を閉じたまま、スパッタリングを一定時間(数分程度)行なう。(プレスパッタリングという)

その後、シャッタ11を開け、基板10上に成膜を行なう。膜厚センサ12に、相当量の膜厚が得られたなら、シャッタ11を閉じ高周波電源7をOFFし、反応性スパッタリングを終了する。

(発明が解決しようとする問題点)

不活性ガスと反応性ガスの両方を同時に流して、プレスパッタリングおよび成膜を行なう従来法にては、たとえばターゲット8としてSiを、不活性ガスとしてArを、反応性ガスとしてO<sub>2</sub>を用いて、所要の組成SiO<sub>x</sub>の成膜を行なう場合、次の問題点が発生した。すなわち、同じパワーにて、ArとO<sub>2</sub>を流量調節器4,5に同じ流量で設定し、同じ操作圧力でスパッタリング成膜を一定時間行なった場合でも、基板10上の所要SiO<sub>x</sub>の膜厚ならびに組成xの再現性が得られない。

本発明は、これらの膜厚ならびに組成の再現性

に達したことを直接的に検知する代わりに、前もって、放電を開始してから成膜速度が安定に達するまでの時間を測定しておき、プレスパッタリングの放電を開始してから、前記の時間が経過した後、反応性ガスを導入するようにしてもよい。

反応性ガスを導入してスパッタリングを行う際に、実際には前記の遮断状態を保持したまま反応性ガスを導入し、当初、不安定な成膜速度が安定に達した後、遮断状態を解除し、化合物を成膜するように行うことが好ましい。

成膜される化合物の組成比は不活性ガスと反応性ガスの流量比によつて変えることができる。組成比の確認は公知の蛍光X線測定法などによつて行うことができる。

目的の組成を得るには、あらかじめ、本発明の方法に従い、一定のスパッタパワー、不活性ガス圧にて、何点かの流量で反応性ガスを流し、基板10上にできた膜の組成を測定し、反応性ガス流量と組成の相関曲線を出し、それより、目的の組成に対応する反応性ガス流量を求めその反応性ガ

を確実に達成することを目的とする。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、ターゲット物質が設定され且つ排気されているスパッタリング領域と基板との間を遮断状態で不活性ガスを導入し放電してプレスパッタリングを行ない、膜厚センサによつてプレスパッタリングの成膜速度が安定に達したことを検知し、前記の遮断状態を解除し、不活性ガスと反応性ガスを所要の流量比で導入し放電して基板にターゲット物質と反応性ガスの化合物を成膜することを特徴とする。

膜厚センサとしては水晶振動式のものなど通常のもので利用できる。

成膜速度は、時間当りの成膜厚さ増加量であり、膜厚センサに適当な処理検出器を接続して、これによつて表示せしめると便利である。プレスパッタリング開始後、成膜速度は増大し、やがて飽和して一定値に達する。たとえば成膜速度が10秒間変化しなければ安定に達したものと判断する。実際には、プレスパッタリングの成膜速度が安定

な流量にて、反応性スパッタリング成膜を行なう。

(作用)

次に本発明の作用を第2図にて説明する。不活性ガスだけのプレスパッタリングを行なうと、ターゲット8表面の酸化被膜がスパッタされて除去される。酸化被膜が除去されるに従い、膜厚センサ12上の成膜速度は上昇していき、酸化被膜が完全に除去されると成膜速度はターゲット物質の成膜速度と一致し、その後一定値に安定する。この状態がa点である。つまり、ターゲット8表面の酸化被膜が完全に除去され、純粋なターゲット物質が露出したことを検知する。その後、反応性ガスであるO<sub>2</sub>を設定値(c点相当)の流量だけ導入すれば操作線に従い、c点の状態を得ることができる。そして、シャッタ11を開いて遮断状態を解除し、c点のO<sub>2</sub>流量に相当した組成の反応化合物を基板10上に成膜する。

本発明の方法によれば、常にa点を経るため、必ずa~b~c~d~e~fの操作線で反応性スパッタリングを行なうことになり、従来方法でのター

グット8表面状態による非再現性の問題は解決され、確実にc点の状態の反応性スパッタリング成膜が行なえ、その状態に相当した組成と成膜速度が、安定して得ることができる。

なお、a~b~c~dの操作線上において基板10上の $\text{SiO}_x$ の組成xは0~2.0までの範囲で得られる。一方、f~e~c'~dの操作線上では $\text{SiO}_2$ の単一組成しか得られず基板10上の成膜速度も遅い。

#### 実施例

$\text{O}_2$ を反応性ガスとしArを不活性ガスとして利用して、Siの反応性スパッタリングを行なう場合について説明する。 $\text{O}_2$ およびArはそれぞれ系外の供給源よりバルブ2、3、流量調節器4、5、供給口13、14を経て真空槽6に導入される。反応性ガスの供給口13は基板10に向け、不活性ガスの供給口14はターゲット8に向けてあることが好ましい。ターゲット8はSiでありマグネトロン方式にされている。真空槽6内を充分に排気し、好ましくは、その圧力を $1 \times 10^{-6}$  torr以下にして、

排気口15のコンダクタンスバルブ1を絞りと、不活性ガスのバルブ3を開いてArを真空槽6に流す。その圧力制御は、流量調節器5によつて行なう。高周波電源7よりターゲット8に高周波を印加してプレススパッタリングを行なう。その際の電源パワーは、ターゲット8がSiの場合には1~2 kWの範囲で実施した。

以上の過程において、膜厚センサ12で、成膜速度をモニタしておく、その検出値は、徐々に大きくなり、やがて一定値で安定する。一定値に達するまでの時間は、だいたい1~5分程度であつた。膜厚センサ12の成膜速度が一定値で安定した後、反応性ガスのバルブ2を開け、ガス供給口13より $\text{O}_2$ を真空槽6に流す。流量調節器4を調節して第2図の設定値c点まで $\text{O}_2$ 流量を増して行く。 $\text{O}_2$ 流量が安定した後、シャッタ11を開け、基板10上に反応生成物薄膜を形成する。

装置により異なるが、たとえばスパッタ圧力 $5 \times 10^{-3}$  torrにて $\text{O}_2$ 流量を7 cc/分流せば、 $\text{SiO}_{1.4}$ の組成の薄膜が再現性良く得られた。

#### (発明の効果)

以上説明したように、本発明は所要の組成のターゲット物質を確実に安定して効率的に基板に成膜せしめることができる。

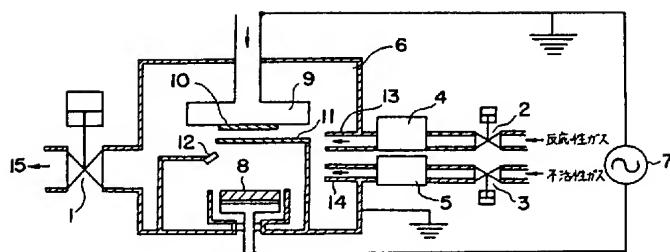
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は通常の反応性スパッタリング装置の概略構成を示す模式図、第2図は本発明の作用効果を説明するために反応性ガスの流量と膜厚センサの成膜速度との関係を示すグラフである。

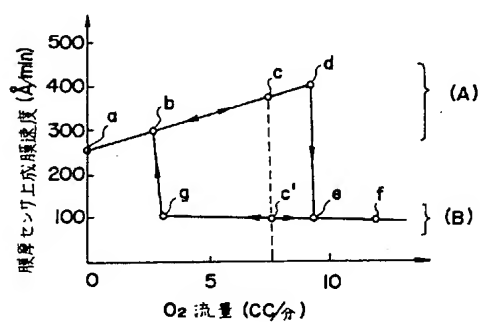
1…コンダクタンスバルブ、2…バルブ、3…バルブ、4…流量調節器、5…流量調節器、6…真空槽、7…高周波電源、8…ターゲット、9…基板ホルダ、10…基板、11…シャッタ、12…膜厚センサ、13…供給口、14…供給口、15…排気口

特許出願人 旭化成工業株式会社

第 1 図



第 2 図



**DERWENT-ACC-NO:** 1988-245168**DERWENT-WEEK:** 198835*COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD***TITLE:** Reactive sputtering deposition  
using pre-sputtering using HF  
power under argon**INVENTOR:** IKEO T**PATENT-ASSIGNEE:** ASAHI CHEM IND CO LTD[ASAHI]**PRIORITY-DATA:** 1987JP-005015 (January 14, 1987)**PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>
JP 63176465 A	July 20, 1988	JA

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL- DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL-DATE</b>
JP 63176465A	N/A	1987JP- 005015	January 14, 1987

**INT-CL-CURRENT:**

<b>TYPE</b>	<b>IPC DATE</b>
CIPP	C23C14/34 20060101
CIPS	C23C14/54 20060101

**ABSTRACTED-PUB-NO:** JP 63176465 A

**BASIC-ABSTRACT:**

Reaction chamber is evacuated to required extent and then inert gas comprising Ar is introduced into the chamber, and presputtering is conducted by applying HF power for the target plate. The film forming rate is monitored by film thickness sensor, and, when the presputtered film thickness has reached its saturation value, the reaction gas is introduced into the chamber. After saturation of the reaction gas flow rate, the shutter plate between the target plate and the substrate is slid out and reactive sputtering is executed.

USE - Desired composition deposition is efficiently and strictly obtd. with stable operational conditions.

**TITLE-TERMS:** REACT SPUTTER DEPOSIT PRE HF  
POWER ARGON

**ADDL-INDEXING-TERMS:** HIGH FREQUENCY

**DERWENT-CLASS:** M13

**CPI-CODES:** M13-G01;

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers:** 1988-109631